

Method for industrial hydrochloric acid purification by liquid extraction

Publication number: CN101041421 (A)

Publication date: 2007-09-26

Inventor(s): HU JIANKANG HAN [CN] +

Applicant(s): GUANGDONG FUYUAN RARE EARTH NE [CN] +

Classification:

- international: **C01B7/07; C01B7/075; C01B7/00**

- European:

Application number: CN20071027238 20070322

Priority number(s): CN20071027238 20070322

Abstract of **CN 101041421 (A)**

The invention discloses a method of extractive purifying industrial alcaine, which comprises the following steps: setting triallylamine as extractant, isooctanol as assisting solvent and coal oil as diluent; forming extract organic phase through kerosene; extracting industrial alcaine in the extract pot; washing through pure water; stripping; getting high-purity alcaine. The invention possesses steady quality and high-purity, which can realize continuous mass production.

Data supplied from the **espacenet** database — Worldwide

L1 ANSWER 1 OF 5 HCAPLUS COPYRIGHT 2010 ACS on STN
 AN 2007:1096349 HCAPLUS Full-text
 DN 147:388518
 TI Method for extraction and purification of industrial hydrochloric acid
 IN Hu, Jiankang; Han, Qiying; Zhong, Deqiang; Yang, Congping; Ling, Cheng
 PA Guangdong Fuyuan Rare Earth New Materials Co., Ltd., Peop. Rep. China
 SO Faming Zhuanli Shenqing Gongkai Shuomingshu, 5pp.
 CODEN: CNXXEV
 DT Patent
 LA Chinese
 FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
	-----	----	-----	-----	----

PI	CN 101041421	A	20070926	CN 2007-10027238	
----	--------------	---	----------	------------------	--

20070322 <--

PRAI CN 2007-10027238 20070322

AB The method comprises using extraction organic phase composed of trialkylamine as extractant 10-30, isooctanol as solvent aid 10-30, and kerosene oil as diluting agent to 100%, extracting industrial hydrochloric acid, washing with pure water, and stripping to obtain high-purity hydrochloric acid. The method has the advantages of being simple, low in cost, low environmental pollution, safety, and product stability.

L3 ANSWER 1 OF 5 WPIX COPYRIGHT 2010 THOMSON REUTERS on STN
AN 2008-E51239 [200831] WPIX Full-text
TI Method of extracting purification industrial hydrochloric acid
DC E36
IN HAN Q; HU J; LING C; YANG C; ZHONG D
PA (GUAN-N) GUANGDONG FUYUAN RARE EARTH NEW MATERIAL CO LTD
CYC 1
PI CN 101041421 A 20070926 (200831)* ZH [0]
<--
ADT CN 101041421 A CN 2007-10027238 20070322
PRAI CN 2007-10027238 20070322
IPCI C01B0007-00 [I,C]; C01B0007-07 [I,A]; C01B0007-075 [I,A]
AB CN 101041421 A UPAB: 20080514
NOVELTY - The invention claims a method of extracting
purification industrial hydrochloric acid; with trialkylamine as
extractant, iso-octanol as latent solvent, kerosene as thinner to
form extraction organic phase; to extract industrial hydrochloric
acid in extracting groove, though scrubbing by pure water and
stripping, in order to get high purity hydrochloric acid. The
invention can realize continuous large-scale production; product
quality is steady and purity is high; meanwhile, operation is
simple and environment pollution is small; security is good and
purification cost is low; if it matches flow-quantity control
technology and relevant equipments, technical process can realize
automatic control.
MC CPI: E10-B04D2; E11-Q01A; E31-B02D

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C01B 7/07 (2006.01)

C01B 7/075 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200710027238.3

[43] 公开日 2007 年 9 月 26 日

[11] 公开号 CN 101041421A

[22] 申请日 2007.3.22

[21] 申请号 200710027238.3

[71] 申请人 广东富远稀土新材料股份有限公司

地址 514600 广东省平远县大柘镇程西村

[72] 发明人 胡建康 韩旗英 钟德强 杨聪平
凌 诚

权利要求书 1 页 说明书 3 页

[54] 发明名称

萃取提纯工业盐酸的方法

[57] 摘要

本发明涉及一种萃取提纯工业盐酸的方法，以三烷基胺为萃取剂、异辛醇为助溶剂、煤油为稀释剂组成萃取有机相，在萃取槽中萃取工业盐酸，经纯水洗涤、反萃，得到高纯盐酸。本发明能实现连续化大规模生产，产品质量稳定，纯度高，操作简便，环境污染小，安全性好，提纯成本低，如配合流量控制技术和相关设备，工艺过程可实现自动化控制。

1、一种萃取提纯工业盐酸的方法，其特征在于以三烷基胺为萃取剂、异辛醇为助溶剂、煤油为稀释剂组成萃取有机相，在萃取槽中萃取工业盐酸，经纯水洗涤、反萃，得到高纯盐酸。

2、根据权利要求1所述的萃取提纯工业盐酸的方法，其特征在于所述的萃取有机相体积比为10~30%三烷基胺、10~30%异辛醇、其余为煤油。

3、根据权利要求1所述的萃取提纯工业盐酸的方法，其特征在于所述的萃取有机相：工业盐酸：纯水流量为60~100：15~25：6~10。

4、根据权利要求1所述的萃取提纯工业盐酸的方法，其特征在于所述的萃取槽总级数18~23级，级数配置为萃取段3~5级、澄清段2~3级、洗涤段3~5级、反萃段5~10级。

5、根据权利要求1所述的萃取提纯工业盐酸的方法，其特征在于所述的萃取有机相从萃取槽第1级进入，工业盐酸从萃取槽第2~5级分2~3点进入，纯水从萃取槽第18~23级加入，高纯盐酸从萃取槽第8~14级引出。

6、根据权利要求4所述的萃取提纯工业盐酸的方法，其特征在于所述的萃取段设有蒸汽加温，使萃取槽内溶液温度35~45℃。

7、根据权利要求4所述的萃取提纯工业盐酸的方法，其特征在于所述的洗涤段和反萃段设有可调节的水相内循环装置。

8、根据权利要求4所述的萃取提纯工业盐酸的方法，其特征在于所述的萃取槽第15~20级反萃段开设废酸出口，高纯盐酸：废酸流量为2~3.5：0.2~0.4。

萃取提纯工业盐酸的方法

技术领域

本发明属于精细化工领域，涉及一种工业盐酸提纯的方法。

背景技术

目前工业盐酸提纯的主要方法有蒸馏法和树脂法。蒸馏法是将工业盐酸加热蒸发，蒸出的氯化氢气体经冷凝或吸收得到高纯盐酸，其缺点是能耗大，设备维护难度大，安全性差，工作环境恶劣，生产效率低，成本高，产品质量不稳定，不能连续生产。树脂法是将工业盐酸通过高分子功能性吸附树脂，将工业盐酸中存在的金属离子和一定数量的二价阴离子吸附去除，其最大缺点是去除轻金属离子效果差，达不到某些对 Ca、Mg 要求较高的使用要求，影响了其使用范围。

发明内容

本发明的目的就是提供了一种安全性能好，产品质量稳定，能实现自动化控制的萃取提纯工业盐酸的方法。

本发明的化工原理是：三烷基胺代号 N235 能萃取酸而形成铵盐，形成铵盐后还能萃取过量酸，在高酸度下，三烷基胺能萃取 Cu、Zn、Fe、Co、Cd、Bi 等金属离子，其萃取络合能力大于萃取 H 离子，而基本不萃取 Pb、Ni 及碱金属离子和碱土金属离子。三烷基胺萃取酸和金属离子是以库仑引力作用实现的，故用极性很小的水即可以将萃取的酸和金属离子反萃下来。

本发明所采用的技术方案是：以三烷基胺代号 N235 为萃取剂、异辛醇代号 ROH 为助溶剂、煤油为稀释剂组成萃取有机相，在萃取槽中萃取工业盐酸，经纯水洗涤、反萃，得到高纯盐酸。

所述的萃取有机相体积比为 10~30%三烷基胺、10~30%异辛醇、其余为煤油。

所述的萃取有机相：工业盐酸：纯水流量为 60~100：15~25：6~10。

所述的萃取槽总级数 18~23 级，级数配置为萃取段 3~5 级、澄清段 2~3 级、洗涤段 3~5 级、反萃段 5~10 级。

所述的萃取有机相从萃取槽第 1 级进入，工业盐酸从萃取槽第 2~5 级

分 2~3 点进入, 纯水从萃取槽第 18~23 级加入, 高纯盐酸从萃取槽第 8~14 级引出。

所述的萃取段设有蒸汽加温, 使萃取槽内溶液温度 35~45℃。

所述的洗涤段和反萃段设有可调节的水相内循环装置。

所述的萃取槽第 15~20 级反萃段开设废酸出口, 按高纯盐酸: 废酸流量为 2~3.5: 0.2~0.4, 使三烷基胺萃取的 Cu、Zn、Fe、Co、Cd、Bi 杂质被水反萃下后引出。

本发明能实现连续化大规模生产, 产品质量稳定, 纯度高, 操作简便, 环境污染小, 安全性好, 提纯成本低, 如配合流量控制技术和相关设备, 工艺过程可实现自动化控制。

具体实施方式

下面结合实施例, 对本发明作进一步的描述, 但其不代表为本发明的唯一实施方式。

实施例一

按体积比取 10%N235、10% ROH、80%煤油组成萃取有机相, 工业盐酸浓度: 9.86N、CaO 39.25mg/L、Fe₂O₃ 0.069mg/L、PbO 0.32mg/L、ZnO 0.5mg/L、NiO 0.019mg/L、CuO 0.044mg/L, 纯水中 CaO、Fe₂O₃、PbO、ZnO、NiO、CuO 均小于 0.01mg/L; 逆流混合澄清萃取槽总级数 18 级, 级数配置为萃取段 3 级、澄清段 2 级、洗涤段 4 级、反萃段 9 级。萃取有机相从逆流混合澄清萃取槽第 1 级进入, 工业盐酸从逆流混合澄清萃取槽第 2、3 级进入, 纯水从逆流混合澄清萃取槽第 18 级进入, 萃取有机相: 工业盐酸: 纯水流量为 60L/min: 15L/min: 6L/min。工业盐酸分 2 点进入逆流混合澄清萃取槽与萃取有机相接触, 能有效提高 N235 的萃酸量, 使高纯盐酸浓度提高。萃取段后设有 2 级澄清段, 可确保两相分相清楚, 避免由于萃取有机相夹带工业盐酸中 Ca²⁺、Mg²⁺而造成高纯盐酸中 Ca²⁺、Mg²⁺升高。萃取段设有蒸汽加温, 使逆流混合澄清萃取槽内的溶液如萃取有机相、工业盐酸等温度为 35℃, 有效改善两相分相效果, 减少由于萃取有机相夹带工业盐酸中 Ca²⁺、Mg²⁺而造成高纯盐酸 Ca²⁺、Mg²⁺升高。洗涤段和反萃段设有可调节的水相内循环装置, 减少洗涤、反萃的加水量, 提高高纯盐酸浓度, 但又保证洗涤、反萃水相量与萃取有机相量比例不致相差太大, 而造成洗涤、反萃效果下降使高纯盐酸质量下降。在逆流混合澄清萃取槽第 1 级、第 8 级和第 15 级开设

相应出口，引出得到萃余酸、高纯盐酸和废酸，高纯盐酸：废酸流量为 2L/min：0.2L/min，在逆流混合澄清萃取槽反萃段开设废酸出口，能使三烷基胺萃取的 Cu、Zn、Fe、Co、Cd、Bi 杂质被水反萃下后引出，从而不进入高纯盐酸，确保高纯盐酸质量。萃余酸和废酸合并作为工业盐酸另外使用。

经分析检测：高纯盐酸浓度为 7.88N、CaO 0.5mg/L、PbO 0.09mg/L、ZnO 0.01mg/L、NiO<0.01mg/L、CuO 0.023mg/L，达到了分析纯杂质标准。

实施例二

按体积比取 30%N235、30%ROH、40%煤油组成萃取有机相，工业盐酸浓度：9.92N、CaO 45.36mg/L、Fe₂O₃ 0.18mg/L、PbO 0.36mg/L、ZnO 0.44mg/L、NiO 0.021mg/L、CuO 0.038mg/L，纯水中 CaO、Fe₂O₃、PbO、ZnO、NiO、CuO 均小于 0.01mg/L；逆流混合澄清萃取槽总级数 23 级，级数配置为萃取段 5 级、澄清段 3 级、洗涤段 5 级、反萃段 10 级。萃取有机相从逆流混合澄清萃取槽第 1 级进入，工业盐酸从逆流混合澄清萃取槽第 3、4、5 级分 3 点进入，纯水从逆流混合澄清萃取槽第 20 级进入，萃取有机相：工业盐酸：纯水流量为 100L/min：25L/min：10L/min。萃取段后设有 3 级澄清段。萃取段设有蒸汽加温，使逆流混合澄清萃取槽内溶液温度 45℃。洗涤段和反萃段设有可调节的水相内循环装置。在逆流混合澄清萃取槽第 1 级、第 14 级和第 20 级开设相应出口，引出得到萃余酸、高纯盐酸和废酸，高纯盐酸：废酸流量为 3.5L/min：0.4L/min，萃余酸和废酸合并作为工业盐酸另外使用。

经分析检测：高纯盐酸浓度为 8.23N、CaO 0.36mg/L、PbO 0.074mg/L、ZnO 0.01mg/L、NiO<0.01mg/L、CuO 0.018mg/L，达到了分析纯杂质标准。